```
1989:579257 HCAPLUS
AN
DN
     111:179257
ΤI
     Tantalum alloy for spinnerets
     Klose, Joachim; Schwarz, Klaus; Heier, Erhard; Rehtanz, Ella; Weinhold,
IN
     Alexander
     VEB Mansfeld-Kombinat "Wilhelm Pieck", Ger. Dem. Rep.
PA
so
     Ger. (East), 3 pp.
     CODEN: GEXXA8
DT
     Patent
LA
     German
FAN.CNT 1
                                DATE
                         KIND
                                            APPLICATION NO.
                                                                    DATE
                                19890517
ΡI
     DD 268004
                          A1
                                            DD 1988-312033
                                                                    19880104
     DD 268004
                          B1
                                19900711
PRAI DD 1988-312033
                                19880104
     The fine-grain alloy consists of 99.8-99.99 Ta and 0.01-0.1% Nb
     or 99.7-99.97 Ta, 0-01-0-1 Nb and 0.02-0.1% Mo. The amount of usual
     impurities is \leq 0.1%. The alloy is prepared in an elec. furnace, cold
     formed, and recrystn. annealed at 1100° for 1 h and 1200 or
     1000° for 1 or 2 h, resp. The average grain diameter of the
```

alloy is 0.009 mm.

# **DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK**



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

# **PATENTS CHRIFT**

(19) DD (11) 268 004 A1

4(51) C 22 C 27/02

## AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fessung veröffentlicht

(21) WP C 22 C / 312 033 0 {22} 04.01.88 (44) 17.05.89

(71) VEB Mansfeld Kombinat Wilhelm Pieck, Forschungsinstitut für NE-Metalle, Lessingstraße 41. Freiberg, 9200, DD

(72) Klose, Joachim, Dipl.-Ing.; Schwarz, Klaus, Dr.-Ing. Dipl.-Met.; Heier, Erhard, Dr.-Ing Dipl.-Met.; Rehtanz, Ella, Dipl.-Ing., Weinhold, Alexander, DD

(64) Tan allegierung für Spinndüsen

(55) Tantallegierung, Spinndüse, Niob, Molybdän, Tantal, Rekristallisationstextur, Gefüge, Korndurchmesser, Düsenloch, Hartmetallstechnadel

(57) Die Erfindung ist eine Tentallegierung für Spinndüsen in der Chemiefaserindustrie. Die Legierung besteht aus 99,8–99,99 w<sub>8</sub> in % Tantal und 0,01–0,1 w<sub>8</sub> in % Niob oder aus 99,7–99,97 w<sub>9</sub> in % Tantal und 0,01–0,1 w<sub>8</sub> in % Niob und 0,02–0,1 w<sub>8</sub> in % Molybdän; der Gehalt en üblichen Verunreinigungen darf 0,1 w<sub>8</sub> in % nicht überschreiten. Durch den Zusatz der Legierungsmetalle in den angegebenen Gehalten wird bei der Verarbeitung dieser Legierung zu Blech mit bekannten Verfahren eine Rekristallisationstextur mit einem erhöhten Anteil an Kristalliten erreicht, deren Flächen mit der kristallogräphischen (100) Orientierung parallel zur Walzebene angeordnet sind, sowie ein gleichmäßiges feinkörniges Gefüge, welches einen mittleren Korndurchmesser von 0,008–0,002 mm aufweist. Dieses Biech zeichnet sich durch eine besond ars gute Bearbeitbarkeit aus. Beim Stechen der Düsenlöcher in den Spinndüsen werden hohe Standzeiten der Hartmetallstechnadel erreicht.

ISSN 0433-6461

3 Seiten

## Patentanspruch:

Tantallegierung für Spinndüsen mit kornfeinendem Legierungsanteil, gekennzelchnet dadurch, daß die Legierung aus 99,8–99,99 $w_B$  in % Tantal und 0,01–0,1 $w_B$  in % Niob oder aus 99,7–99,97 $w_B$  in % Tantal und 0,01–0,1 $w_B$  in % Niob und 0,02–0,1 $w_B$  in % Molybdän besteht und der Gehalt an üblichen Verunreinigungen 0,1 $w_B$  in % nicht überschreitet.

#### Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft eine schmelzmetallurgisch hergestellte Tantallegierung, die für Spinndüsen in der Chemiefaserindustrie verwendet werden kann.

## Charakteristik des bekennten Standes der Technik

In der Chemlefaserindustrie werden im großen Umfang Spinndüsen aus Tantal eingesetzt. Diese Spinndüsen sind tiefgezogene Näpfchen, die zunächst aus einem schmelzmetallurgisch hergestellten Halbzeug hergestellt und anschließend mit einer großen Anzahl von Feinbohrungen mit einem Durchmesser von 60–100 µm durch Stechen versehen werden. Es ist bekannt, daß die Stechbarkeit des Tantals beeinflußt wird durch die Reinheit des Metalls, durch seine Härte, durch Ausscheidungen en den Korngrenzen und durch die Korngröße.

Auf die Reinheit des Metalls wird bekanntermaßen durch das Schmilzen im Elektronenstrahlofen Einfluß genommen. Dabei werden jedoch Korngrößen von bis zu wenigen Millimetern erzeugt. Es hat daher Versuche gegeben, auf schmelzmetallurgischem Wege hergestelltes Tantal zu einem Blech von 0,4–0,5mm Dicke mit ausgeprägtem Feinkorn zu verarbeiten. Gemäß DD-WP 142120 wird dazu der aus Tantal-Sekundärmetall im Elektronenstrahlofen erschmolzene Tantalblock zu einem Würfel gestaucht und nach einer 90°-Drahung zu einer Platine gepreßt, die dann anschließend durch Kaltverformung mit zwischengeschalteten Hoch-Vakuumglühungen zum Blech ausgewalzt wird. Erreicht werden mit diesem Vorfahren Korngrößen mit einem mittleren Korndurchmesser von 0,04–0,03mm. Beim Stechen von aus diesem Tantalblech gefertigten Spinndüsen zeigen die dafür verwendeten Hartmetallstechnadeln eine geringe Standzeit. Es können mit einer Nadel durchschnittlich nur 2 000 bis 4 000 Düzenlöcher gestochen werden. Eine andere Möglichkeit zur Verringerung der Korngröße besteht in der Zugabe von Leglerungszusätzen. Das Rekristallisationsverhalten von Substitionslegierungen auf Tantal-Basis ist von GYPEN und DERUYTTERE untersucht worden (Z. Metalikunde 72 (1981) 8, S. 530–533). Unter anderem ist der Einfluß von Molybdän und Niob auf das anomale Kristallwachstum, das in reinem elektronenstrahlgeschnemen Tantal leicht auftritt, untersucht worden. Durch das Zulegieren von Molybdän in Gehelten zu einem Bektronenstrahlgeschnemen Tantal leicht auftritt, untersucht worden. Durch das Zulegieren

(Z. Matalikunde 72 (1981) 8, S. 530–533). Unter anderem ist der Einfluß von Molybdän und Niob auf das anomale Kristallwachstum, das in reinem elektronenstrahlgeschmolzenem Tentel leicht auftritt, untersucht worden. Durch das Zulegieren von Molybdän in Gehalten zwischen 0,32 und 0,7 w<sub>8</sub> in % werden bei der technisch üblichen Glühtemperaturen von 1000°C bis 1200°C Korngrößen mit einem mittleren Korndurchmesser von 0,06 bis 0,09 mm erreicht. Mit Niob als Leglerungselement in Gehalten von 2,0 und 4,2 w<sub>8</sub> in % bildet sich ein mittlerer Korndurchmesser von 0,06 mm aus. Auch mit den Korngrößen, die durch das Zulegieren von Molybdän oder Niob in den angegobenen Gehalten eingestellt werden können, wird keine Erhöhung des Standzeitverhaltens der Stechnadeln beim Stechen der Spinndüsen erreicht.

## Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, eine Tantallegierung mit einer guten Stechbarkeit bereitzustellen, mit der die Standzeit der Hartmetallstechnadeln beim Stechen von Spinndüsen erhöht wird.

## Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Tantallegierung bereitzustellen, die ein besonders feinkörniges Gefüge hat und sich demzufolge besonders für das Stechen mit Hartmetalistechnadeln eignet.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Legierung aus 99,8–99,99 we in % Tantal und 0,01–0,1 we in % Niob oder aus 99,7–99,97 we in % Tantal und 0,01–0,1 we in % Niob oder aus 99,7–99,97 we in % Tantal und 0,01–0,1 we in % Niob und 0,02–0,1 we in % Molybdän besteht. Bei der Vererbeitung dieser Legierung zu Blech von 0,23 bis 0,6 mm Dicke nach bekannten Verfahren zur Herstellung von Tantalblech zeigt die erfindungsgemäße Legierung eine besondere Rekristallisationstextur in Verbindung mit einem gleichmäßig feinförmigem Gefüge. Es wird ein mittlerer Korndurchmesser von 0,008–0,02 mm erreicht. Die besondere Rekristallisationstextur ist durch einen erhöhten Anteil an Kristalliten gekennzeichnet, deren Flächen mit der kristallographischen (100)-Orientierung perallel zur Walzebene angeordnet sind.

Bei Verwendung der erfindungsgemäßen Legierung für Spinndüsen werden im Vergleich zu reinem Tantal beim Stechen der Düsenlöcher wesentlich höhere Standzeiten der Hartmetallstechnadeln erzielt, die bei 6000 bis 8000 Düsenlöchern/Nadel liegen. Dieser Befund kann mit den bekannten Gesetzmäßigkeiten der Verformung von kubisch-raumzentrierten Metallen nicht erklärt werden. In den Metallen mit einem kubisch-raumzentrierten Gitter (z.B. o.-Fe, Mo, Nb, Ta, W) erfolgt die Verformung bevorzugt in den (110)-Gleitebenen in den (111)-Richtungen (siehe bei SCHULZE, G.E.R., Metallphysik, Akademieverlag, Berlin 1974, S.221 und SCHATT, W., Einführung in die Werkstoffwissenschaft, VEB Deutscher Verlag für die Grundstoffindustrie, Leipzig 1984, S.337).

upset forging



Elne bevorzugte Verformung senkrecht zu (100)-Flächen ist nicht zu erwar: en. Die vorteilhafte Wirkung der Zusätze von Niob und Molybdän in den angegebenen Gehalten besteht in der Veränderung der Textur, der bedeutenden Verminderung der Kristallitgröße und einer veränderten Zusammensetzung an den Kristallitgrenzen ohne eine merkliche Zunahme der Härte und Verminderung der Duktlität (Bruchdehnung). Dadurch verbessert sich die Stechbarkeit des Werkstoffs durch eine geringere Kaltschweißneigung zwischen der Tantallegierung und der Hartmetallstechnadel. Zusätzlich wird Infolge der geringeren Kristallitgröße die Gefahr des Auftretens für die Stechnadelspitze schädlicher Biegebeanspruchungen vermindert. Alles das führt zur Erhöhung der Stendzeit der Stechnadeln.

#### Ausführungsbeispiel

Im Elektronenstrahlofen wurde unter Einsatz von Tantal-Sekundärmetall und Niob-Draht eine Tantallegierung mit einem Gehalt von 0,055 w<sub>B</sub> in % Niob erschmolzen. Der Gußblock wurde nach einer Oberflächenbearbeitung durch Abdrehen kalt verformt. Diese Kaltverformung erfolgte auf einer Freiformschiniedepresse, wobei der Gußblock zu einem Würfel gestaucht und nach einer 90°-Drehung zu einer Platine gepreßt wurde. Der Block wurde während des Umfurnivorgangs durch Kühlen auf Raumtemperatur gehalten. Die Platine wurde nach einer weiteren Oborflächenbearbeitung zu 3mm dicken Band ausgewalzt. Nach der Kaltverformung von insgesamt 98,5% erfolgte eine Rekristallisationsglühung im Hochvakuum bei 1 100°C/1 h. Nach dem Walzen an Enddicke erfolgte eine abschließende Hochvakuumglühung bei 1 200°C/1 h oder 1 000°C/2 h. Eine röntgenographische Texturanalyse ergab einen im Vergleich zu reinem Tantel erhöhten Anteil der Texturkomponente (100)

Es wurde ein mittlerer Korndurchmesser von 0,009mm erreicht. Die aus dies at Legierung gefertigten Spinndüsenrohlinge zeichneten sich durch besondars gute Bearbeitungseigenschaften aus. Mit alner Hartmetallstechnadel war die Herstellung von 6530 Düsenlöchern in einer Spinndüse möglich.